



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 554 808 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **93101454.2**

51 Int. Cl.⁵: **B22D 1/00, C22C 1/00**

22 Anmeldetag: **29.01.93**

30 Priorität: **30.01.92 DE 4202562**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.08.93 Patentblatt 93/32

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR GB IT LI

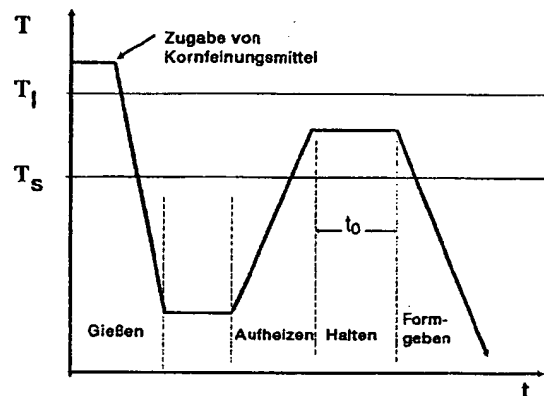
71 Anmelder: **EFU GESELLSCHAFT FÜR
UR-/UMFORMTECHNIK mbH
Jägerhausstrasse 22
W-5107 Simmerath-Lammersdorf (DE)**

72 Erfinder: **Wan, Gang Dr.-Ing
Engelbertstrasse 29
W-4000 Düsseldorf (DE)**

74 Vertreter: **König, Werner, Dipl.-Ing.
Habsburgerallee 23-25
W-5100 Aachen (DE)**

54 Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen.

57 Bei einem Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen, bei dem die Metallegierungen in schmelzflüssigen Zustand gebracht und nach konventionellen Gießverfahren zu geometrisch einfachen Formen vergossen werden und dann durch Aufheizen auf eine Temperatur zwischen der Solidus- und der Liquidus-Linie ein aus einem Fest-Flüssig-Gemisch aus abgerundeten, in einer Schmelzmatrix homogen verteilten Primärteilchen bestehender thixotroper Schlicker gebildet wird, der nach einer Haltezeit einer Formgebungsanlage zugeführt wird, soll die Herstellung von Rheovormaterial mit feinkörnigem und homogenem Gefüge vereinfacht und wirtschaftlicher gestaltet werden. Hierzu ist vorgesehen, daß den Metallegierungen in schmelzflüssigem Zustand eine gegenüber der bekannten Kornfeinung erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel zugesetzt wird, wobei diese erhöhte Menge aus einer für die einzelnen Legierungen und Kornfeinungsmittel bekannten, einen stark abfallenden ersten Ast und einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast aufweisenden Kurve eines Diagramms, in dem die Korngröße in μm über der Zugabe an Kornfeinungsmittel in Gewichtsprozent aufgetragen ist, bestimmt wird derart, daß die Zugabe an Kornfeinungsmittel als ein Wert auf dem zweiten Ast der Kurve ausgewählt wird; daß die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt werden und daraufhin auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt werden und dabei über eine Haltezeit von weniger als 15 Minuten gehalten werden.



811d 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen, bei dem die Metallegierungen in schmelzflüssigen Zustand gebracht und nach konventionellen Gießverfahren zu geometrisch einfachen Formen vergossen werden und dann durch Aufheizen auf eine Temperatur zwischen der Solidus- und der Liquidus-Linie ein aus einem Fest-Flüssig-Gemisch aus abgerundeten, in einer Schmelzematrix homogen verteilten Primärteilchen bestehender thixotroper Schlicker gebildet wird, der nach einer Haltezeit einer Formgebungsanlage zugeführt wird.

Die Vorteile von Verfahren zur Herstellung von Formteilen im halbfesten Zustand sind inzwischen bekannt, [Metals Handbook, 9th.Ed. Vol.15. Casting, S.327]. Die niedrigere Prozeßtemperatur und die rasche Erstarrung bei diesen Verfahren führen einerseits zu besseren Werkstoffeigenschaften und erhöhter Produktivität und andererseits zu reduziertem Energieaufwand.

Bei der konventionellen Erstarrung ist aufgrund der sich bildenden dendritischen Struktur die Legierung schon bei einem Festanteil $f_s=20\%$ steif und zäh. Ein solches teilerstarres Material kann nicht homogen ohne Bildung von Rissen oder Segregationserscheinungen geformt werden. Schlicker, die eine primär globulitisch erstarrte Struktur, d.h. eine spezielle, nicht dendritische feste Phase besitzen, können jedoch von bis zu $f_s=60\%$ Festanteil durch konventionelle Formgebungsverfahren geformt werden. Deswegen eignet sich der teilerstarre Schlicker gut zur Weiterverarbeitung in der Halbzeug- und Fertigteilherstellung in Kombination mit anderen nachgeschalteten Verfahren.

Außerdem zeichnet sich aufgrund des Prozeßablaufs im Erstarrungsintervall die Formgebung im halbfesten Zustand als ein Verfahren mit Energiespar-Potential aus. Einen wesentlichen Vorteil stellt die niedrige Gießtemperatur dar, durch die die Walzen, Formen usw. anschließender Formgebungsanlagen einer geringeren thermischen Belastung ausgesetzt sind. Auch erstarrt das Material viel schneller aufgrund der anteilmäßig geringeren Erstarrungswärme und bildet weniger Lunker, da der Schlicker teilerstarre ist und einen geringeren Volumensprung bei der weiteren Erstarrung aufweist.

Die grundlegende Basis für ein solches Verfahren ist die Herstellung eines thixotropen Schlickers als spezielles Vormaterial, das aus einer Primär- und einer niedrig schmelzenden Matrixphase besteht. Bei der Weiterverarbeitung wird dieses Vormaterial auf eine Temperatur zwischen Solidus und Liquidus, nachstehend Verarbeitungstemperatur, aufgeheizt. Dabei schmilzt die Matrix zuerst auf, während die feste Phase in Form von abgerundeten feinen Teilchen in der Schmelzmatrix dispergiert wird. Dieser Schlicker wird dann zur Formgebung anschließend einer weiterverarbeitenden Anlage, nachstehend Formgebungsanlage, z.B. einer Druckgießmaschine oder einer Schmiedepresse, zugeführt und aufgrund der thixotropen Eigenschaften des Schlickers in eine Endform gebracht. Das Vormaterial wird nachstehend als Rheovormaterial bezeichnet.

Es wird angestrebt, möglichst feine und sphärische Primärteilchen in dem Schlicker zu erzeugen, weil der Schlicker mit feinen Teilchen nicht nur ein hohes Fließvermögen besitzt sondern auch zu einer besseren Oberflächenbeschaffenheit führt. Die erforderliche Feinheit der Teilchen wird hauptsächlich durch die Formgebungsverfahren < Bauteilgeometrie und -qualität bestimmt. Eine quantitative Angabe darüber existiert nicht. Für die Herstellung des Rheovormaterials mit den erforderlichen Eigenschaften gibt es zur Zeit einige Verfahren, die in drei Gruppen eingeteilt werden können:

Die Verfahren der Gruppe 1 sind durch die erzwungene Konvektion während der Erstarrung gekennzeichnet. Durch mechanisches oder elektromagnetisches Rühren werden die üblicherweise dendritisch kristallisierenden Primärphasen ganz oder teilweise zu abgerundeten festen Teilchen zerschlagen, die sich in der Schmelze befinden. Nach deren Erstarrung entsteht ein für Verarbeitung im halbfesten Zustand geeignetes Rheovormaterial.

Die Verfahren der Gruppe 2 setzen eine thermomechanische Behandlung ein, die als SIMA-Verfahren (SIMA= Strain Induced Melt Activated) bezeichnet wird. Dabei werden die konventionell vergossenen Metallegierungen kaltverformt, z.B. durch Recken, Walzen oder Stauchen. Das kaltverformte Vormaterial wird bei der anschließenden Erwärmung bei einer Temperatur zwischen Solidus und Liquidus vor der Weiterverarbeitung zum Schlicker überführt. Zur Erzeugung besonders feiner Teilchen ist vor der Kaltverformung eine zusätzliche Warmverformung notwendig, z.B. durch Strangpressen. Die erreichbare Teilchengröße beträgt $30\text{ }\mu\text{m}$, [EP 0090253].

Die Verfahren der Gruppe 3 machen von einer besonderen Wärmebehandlung Gebrauch. Dabei wird eine konventionell vergossene Legierung auf eine Temperatur zwischen Solidus und Liquidus aufgeheizt, bei der Temperatur einige Minuten bis einige Stunden isotherm gehalten und dann der Weiterverarbeitung zugeführt. Die Erreichung abgerundeter fester Teilchen für Al-Legierungen erfordert mehrere Stunden. Die Teilchengröße liegt im Bereich zwischen $100\text{ }\mu\text{m}$ und $400\text{ }\mu\text{m}$. Für Al-Legierung beträgt sie ca. $200\text{ }\mu\text{m}$, [DT 2514355].

Die obengenannten drei Verfahrensgruppen zur Herstellung des Rheovormaterials weisen jeweils folgende Nachteile auf:

Das Verfahren mit erzwungener Konvektion ist mit erheblichen Anlage- und Energiekosten verbunden. Das mechanische Rühren erfordert die Anwendung eines Rührwerkes, das sowohl thermischen als auch che-

mischen Belastungen ausgesetzt wird. Dabei entstehen viele verfahrenstechnische Probleme. Obwohl dieses Verfahren als erstes untersucht wurde, ist es bis jetzt nicht industriell eingesetzt worden. Das elektromagnetische Rühren [DE 3006618] für die Herstellung des Rheovormaterials hat zwar industrielle Anwendung gefunden, aber der geringe energetische Wirkungsgrad ist als gravierender Nachteil anzusehen. Ein Teil der eingebrachten elektromagnetischen Energie geht als Stromwärmeverlust verloren und führt zu unerwünschter Erwärmung. Die Verlustleistung nimmt mit zunehmender Frequenz, abnehmender Polzahl und abnehmender Kokillenleitfähigkeit zu. Außerdem ist das Gefüge nicht über das gesamte Volumen homogen. Es ergibt sich eine Oberflächenschicht, in der die feste Phase dendritisch wächst und während der Wiedererwärmung nicht gleichzeitig wie im Kernbereich zu isolierten abgerundeten Teilchen übergeht. Um diesen Nachteil zu beheben wird entweder die Randschicht abgeschält oder während der Formgebung eine Vorkammer in der Pressform eingebaut [EP 0254437]. Bei der Formgebung wird ein Teil des Vormaterials, überwiegend aus dem Kernbereich, in die Form gepresst, während ein anderer Teil, überwiegend aus der Oberflächenschicht, in der Vorkammer zurückbleibt und später von dem Bauteil entfernt wird. Dadurch wird die Ausnutzung des Materiales geringer.

Bei den SIMA-Verfahren muß eben diese zusätzliche Warm- und Kaltverformung durchgeführt werden, was wiederum mit zusätzlichem Kosten- und Energiebedarf verbunden ist. Dieser Nachteil wird noch deutlicher, wenn die Abmessung des Rheovormaterials groß sein soll. Die dafür erforderliche Kraft bei der Kaltverformung macht die Anwendung einer großen Umformanlage notwendig.

Das Wärmebehandlungsverfahren erfordert eine derartige Langzeitglühung bei einer Temperatur zwischen Solidus und Liquidus, daß technische Probleme auftauchen und die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens in Frage gestellt wird. Vor allem ist die starke Oxidation des Schlickers während der Erwärmung sehr schwer oder nur mit hohem technischem Aufwand, z.B. durch Erwärmung in einer Vakuumkammer unter Vakuum oder Schutzgas, zu vermindern. Außerdem ist das resultierende Gefüge so grob, daß es sich sowohl bei dem Fließvermögen während der Weiterverarbeitung, insbesondere bei der Formfüllung an dünnwandigen Stellen des Bauteils, als auch bei den mechanischen Eigenschaften negativ auswirken kann.

Zusammengefaßt kann festgestellt werden, daß alle bisherigen Verfahren zur Herstellung des Rheovormaterials mit sowohl technischen als auch wirtschaftlichen Problemen behaftet sind.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei einem Verfahren der eingangs erwähnten Art die Nachteile der bisherigen Verfahren zu beseitigen und ein wirtschaftliches Verfahren für die Herstellung von Rheovormaterial mit feinkörnigem und homogenem Gefüge auf der Basis einer ausgereiften Technik bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs erwähnten Art dadurch gelöst, daß den Metallegierungen in schmelzflüssigem Zustand eine gegenüber der bekannten Kornfeinung erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel zugesetzt wird, wobei diese erhöhte Menge aus einer für die einzelnen Legierungen und Kornfeinungsmittel bekannten, einen stark abfallenden ersten Ast und einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast aufweisenden Kurve eines Diagramms, in dem die Änderung der Korngröße in μm über der Änderung der Zugabe an Kornfeinungsmittel in Prozent aufgetragen ist, bestimmt wird derart, daß die Zugabe an Kornfeinungsmittel als ein Wert auf dem zweiten Ast der Kurve ausgewählt wird,

daß die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt werden und

daraufhin auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt werden und dabei über eine Haltezeit von weniger als 15 Minuten gehalten werden.

Das dabei gebildete Vormaterial mit einer erhöhten Menge an Kornfeinungsmitteln unterscheidet sich von den konventionellen Rheovormaterialien dadurch, daß es vor der Weiterverarbeitung ein dendritisches Gefüge zeigt. Erst bei der Wiedererwärmung bis auf eine Temperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie gehen die Dendriten zu isolierten abgerundeten kugeligen Teilchen über. Die für Abrundung der Teilchen erforderliche Zeit beträgt je nach Legierungen und Kornfeinergehalt einige Sekunden bis Minuten. Der aus dem erfindungsgemäßen Rheovormaterial entstehende Schlicker kann anschließend unmittelbar einer Formgebungsanlage zugeführt und in eine Endform gebracht werden.

Die Abhängigkeit zwischen der Zugabe an Kornfeinungsmittel und der daraus resultierenden Korngröße ist für die einzelnen Legierungen und die üblichen Kornfeinungsmittel bekannt und liegt in Diagrammen vor. Diese zeigen alle einen stark fallenden ersten Ast, in dem eine Erhöhung der Kornfeinungsmittelzugabe also eine starke Reduzierung der Korngröße bewirkt. Sie zeigen ferner einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast, in dem eine Erhöhung der Kornfeinungsmittelzugabe also praktische keine Reduzierung der Korngröße mehr bewirkt. Eine Zugabe von Kornfeinungsmittel in diesem Bereich ist also zur Reduzierung der Korngröße nicht mehr sinnvoll und deshalb auch nicht bekannt.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die erhöhte Menge an Kornfeinungs-

mittel in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung $\delta D2/\delta C2$ (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als $1/20$ des Betrages der mittleren Steigung $\delta D1/\delta C1$ im ersten Ast der Kurve ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung $\delta D2/\delta C2$ (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als $1/50$ des Betrages der mittleren Steigung $\delta D1/\delta C1$ im ersten Ast der Kurve ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die zuzugebende Menge an Kornfeinungsmittel dadurch präzisiert wird, daß Proben der Metallegierungen im schmelzflüssigen Zustand unterschiedliche Mengen an Kornfeinungsmittel zugesetzt werden, die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt und wieder auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt, über eine wählbare Haltezeit von weniger als 15 Minuten auf dieser Temperatur gehalten, danach abgeschreckt werden und das abgeschreckte Gefüge metallographisch untersucht und der Mindestgehalt an Kornfeinungsmitteln festgestellt wird, ab dem die Primärphase überwiegend aus voneinander isolierten abgerundeten Teilchen mit einem Formfaktor $FF = \geq 0,5$ bei einem mittleren Korndurchmesser $\leq 150 \mu m$ besteht.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann zur Herstellung von Formteilen aus Kupferlegierungen so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel die mit Aluminium ein Peritektikum bildenden Elemente jeweils allein oder in Kombination verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel Ti, B, Nb allein oder in Kombination verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß Ti gemeinsam mit C verwendet wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel Zr allein oder in Verbindung mit B verwendet wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß bei einer Aluminiumlegierung mit 0 bis 9 Gew.% Si, 0 bis 5 Gew.% Cu, 0 bis 5 Gew.% Zn und 0 bis 3 Gew.% Mg als Kornfeinungsmittel Ti und B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 0,6 Gew.% eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß eine Aluminiumlegierung AlSi7Mg geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von $\geq 0,25 \%$ eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß eine Aluminiumknetlegierung AlMg1SiCu geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von $\geq 0,025 \%$ eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B und P als Desoxidationsmittel verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß zusätzlich Mg zur Entschwefelung zugegeben wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß bei einer Kupferlegierung mit 0 bis 30 Gew.% Zn und 0 bis 20 Gew.% Sn als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 1,0 Gew.% und P eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß eine Kupferlegierung CuSn12 geschmolzen und desoxidiert, dann auf einen Zr-Gehalt von $\geq 0,05 \%$ eingestellt und anschließend über eine Minute auf einer Temperatur zwischen Liquidus- und Soliduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die Temperatur der Legierung isotherm zwischen Solidus- und Liquiduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die Temperatur der Legierung gestuft zwischen Solidus- und Liquiduslinie geführt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die im schmelzflüssigen Zustand mit Kornfeinungsmittel versehenen Metallegierungen in einer durch ein Kühlmedium gekühlten Metallkokille in einer für die Formgebung benötigten Menge genau dosiert vergossen werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die Metallegierungen zwischen Solidus- und Liquidus-Linie auf eine Temperatur über der Haltetemperatur erwärmt werden, wobei die gesamte Dauer innerhalb des Solidus-Liquidus-Bereichs 1 bis 15 Minuten beträgt.

Die durch das erfindungsgemäße Verfahren erreichbaren Vorteile bestehen insbesondere darin:

1. Für die Herstellung des Rheovormaterials für die Weiterverarbeitung im halbfesten Zustand können in herkömmlichen Gießereien bestehende Anlagen ohne jede Veränderung genutzt werden.
2. Das erfindungsgemäße Verfahren gibt eine wirtschaftliche und energiesparende Methode zur Herstellung des Rheovormaterials an. Im Vergleich zu anderen Fertigungsverfahren zur Herstellung von metallischen Bauteilen mit höherer Stückzahl, wobei sich das Druckgießen am wirtschaftlichsten betreiben läßt, ist eine zusätzliche Energieeinsparung durch das erfindungsgemäße Verfahren in Kombination mit

Druckgießen zu erzielen. Dies ist dadurch bedingt, daß man das Rheovormaterial nicht über die Liquidus-Temperatur zu erhitzen braucht, wie dies beim konventionellen Druckgießen der Fall ist.

3. Das erfindungsgemäße Verfahren führt auch zu einer Materialeinsparung. Vor der Wiedererwärmung wird dies durch die Kombination mit Kokillengießen erreicht, wobei das Zersägen des Materials zu benötigter Portion entfällt. Bei der Formgebung trägt die genaue Dosierbarkeit, die Homogenität des Rheovormaterials und der dadurch bedingte Wegfall eines großen Anschnitt- oder Speisungssystems zur Materialeinsparung bei.

4. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren läßt sich über den gesamten Blockquerschnitt ein homogenes Gefüge erzielen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird nachstehend anhand von Bildern erläutert. Es zeigt:

Bild 1: eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Bild 2: ein schematisches Diagramm, in dem die Korngröße über der Zugabemenge an Kornfeinungsmittel aufgetragen ist.

Bild 3: AlSi7Mg nach dem Kokillergießen (a,c,e) und Wiedererwärmen (b,d,f) bei einem Ti-Gehalt (%) : a,b=0,01; c,d=0,19; e,f=0,42 und einer isothermen Haltezeit (Minuten): b=14; d=10; f=5.

Bild 4: AlSi7Mg nach einem nicht isothermen Wiedererwärmen mit einer Haltezeit von 4 Minuten bei einem Ti-Gehalt (%) : a=0,26; b=0,34; c=0,50.

Bild 5: AlSi8Cu3 mit 0,015 % Sr nach dem Kokillergießen (a,c,e) und Wiedererwärmen von 5 Minuten (b,d,f) bei einem Ti-Gehalt (%) : a,b=0,01; c,d=0,15; e,f=0,36.

Bild 6: AlZn6Mg2Cu mit 0,15% Zr nach dem Stranggießen (a,c) und Wiedererwärmen von 5 Minuten (b,d) bei einem Ti-Gehalt (%) : a,b=0,04; c,d=0,09.

Bild 7: CuSn12 nach dem Kokillergießen (a,c,e) und Wiedererwärmen (b,d,f) bei einem Zr-Gehalt (%) : a,b=0,02; c,d=0,05; e,f=0,07 und einer isothermen Haltezeit (Minuten): b=10; d=7; f=1.

Bei der für das erfindungsgemäße Verfahren entscheidenden Auswahl der Zugabemenge an Kornfeinungsmittel bedient man sich eines für die jeweilige Legierung und die zugehörigen Kornfeinungsmittel bekannten Diagramms, wie es typisch in Bild 2 dargestellt ist. Im Bereich des stark abfallenden Astes der Kurve dieses Diagramms erfolgt die Kornfeinung. Hier hat eine Erhöhung der Menge des Kornfeinungsmittels einen großen Effekt auf die Reduzierung der Korngröße. Die Kurve hat einen zweiten Ast, der sich asymptotisch einem Endwert der Korngröße nähert. Hier führt die Erhöhung der Zugabemenge des Kornfeinungsmittels nicht zu einer nennenswerten Reduzierung der Korngröße.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Mengen an Kornfeinungsmittel liegen im Bereich dieses zweiten Astes der Kurve.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird anhand von Beispielen dargestellt:

Beispiel 1:

Es wurde in üblicher Weise eine Aluminiumgußlegierung AlSi 7Mg bei 680 °C geschmolzen und entgast. Der Schmelze wurde eine Vorlegierung aus 5% Ti + 1% B Rest Al in unterschiedlichen Mengen zugegeben, so daß ein Ti-Gehalt von 0,01 bis 0,5% Ti in der Schmelze vorlag. Die Schmelze wurde mit dem jeweiligen Ti-Gehalt in einer Stahlkokille zu Zylindern mit einem Durchmesser von 50 und 100 mm und einer Länge von 120 mm vergossen. Es ergab sich demnach unabhängig vom Ti-Gehalt ein überwiegend dendritisches Gefüge, wobei bei Bild 3a der Ti-Gehalt 0,01%, bei Bild 3c 0,19% und bei Bild 3e 0,42% betrug.

Die gegossenen Zylinder wurden dann in einer Induktionsanlage auf eine Temperatur von etwa 578 °C aufgeheizt und bei dieser Temperatur über verschieden lange Haltezeiten gehalten und danach abgeschreckt. Während des Haltens war zu beobachten, daß bei einem Ti-Gehalt unter 0,18% die Schmelze aus dem Zylinder austrat und sich am Zylinderboden sammelte. Der Zylinder ließ sich mit einem Graphitstab von 10 mm Durchmesser schwer durchstechen. Dabei wurden auch Risse festgestellt. Oberhalb von 0,19% Ti trat dagegen keine Schmelze aus und der Zylinder ließ sich mit dem Graphitstab leicht durchstechen.

Nach metallographischer Untersuchung wurde festgestellt, daß die Primärphase bei einem Ti-Gehalt unterhalb von 0,18% überwiegend aus Grobdendriten bestand, selbst wenn der Zylinder bis zu 1 Stunde bei der Temperatur gehalten wurde.

Bild 3b zeigt das Gefüge bei einem Ti-Gehalt von 0,01% nach einer Haltezeit von 14 Minuten. Bild 3d zeigt das Gefüge bei Ti-Gehalt von 0,19% bei einer Haltezeit von 10 Minuten.

Zwischen 0,19 und 0,25% Ti wurden isolierte feine, jedoch nicht abgerundete Primärteilchen festgestellt, wobei mit steigendem Ti-Gehalt der Formfaktor abnahm. Oberhalb von 0,25% Ti wurden isolierte abgerundete Primärteilchen innerhalb einer Haltezeit von 5 Minuten erhalten (Bild 3f). Das Gefüge war über das gesamte Volumen homogen. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 110 µm nach 5minütiger isothermer Glühung. Eine Verlängerung der Haltezeit führte zu einer Zunahme des mittleren Durchmessers und

einer Abnahme des Formfaktors der abgerundeten Teilchen. Die Veredlung mit Sr beeinflusste nur das Eutektikum und nicht die Ausbildung der Primärphase.

Beispiel 2:

5

Die gleiche Legierung wurde mit einem leicht modifizierten Erwärmungsvorgang behandelt, wobei die Heizleistung der Induktionsanlage so eingestellt wurde, daß die Temperatur zuerst auf 589 °C anstieg und innerhalb von 4 Minuten wieder auf 578 °C abfiel. Bei dieser Temperatur wurden die Proben dann abgeschreckt. Durch anschließende metallographische Untersuchung wurde festgestellt:

10

1. Der für die Abrundung erforderliche Mindestgehalt an Kornfeinungsmittel (Titan) wurde nicht verändert.
2. Bei gleichen Titan-Gehalt und gleicher Haltezeit waren die Primärteilchen im Vergleich zum isothermen Halten etwas feiner und runder.
3. Zum Erreichen eines bestimmten Formfaktors wurde eine kürzere Haltezeit benötigt.
4. Der Block verlor die Zylinderform bei hohem Flüssiganteil. Dies machte es notwendig, die Erwärmung in einem Tiegel vorzunehmen.

15

Bild 4 zeigt das Gefüge nach diesem Beispiel, wobei in Bild 4a mit 0,26%, in Bild 4b mit 0,34% und in Bild 4c mit 0,50% Titan gearbeitet wurde. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 95 µm.

Beispiel 3:

20

Mit einer Aluminiumlegierung AlSi8Cu3 (8% Si, 2,7% Cu, 0,6% Mg) wurden die Verfahren nach den Beispielen 1 und 2 durchgeführt. Es wurde ein durchaus ähnliches Ergebnis erzielt. Bei einer vorgegebenen Haltezeit von 5 Minuten wurde ein Mindestgehalt an Ti als Kornfeinungsmittel von 0,18% bestimmt.

25

Bild 5 zeigt das Gefüge nach diesem Beispiel, wobei nebeneinander angeordnete Bilder das Gefüge bei gleichem Ti-Gehalt, aber links vor dem Wiedererwärmen und rechts nach dem Wiedererwärmen wiedergeben. Der Ti-Gehalt betrug nach Bild 5a und 5b 0,01%, nach Bild 5c und 5d 0,15% und nach Bild 5e und 5f 0,36%.

Die Proben wurden bei 572 °C abgeschreckt. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 100 µm.

30

Beispiel 4:

Eine Aluminiumknetlegierung AlZn6Mg2Cu mit 6% Zn, 2% Mg und 1% Cu wurde wie im Beispiel 1 aufgeschmolzen und sowohl in einem Ofen wie auch in einer Rinne durch die Zugabe von Vorlegierungsdraht aus AlTi5B korngefeint. Die Schmelze wurde in einer Vertikalstranggießanlage zu Strängen mit einem Durchmesser von 100 mm vergossen. Die Stränge wurden dann in Zylinder mit einer Länge von 100 mm getrennt, die in einer Induktionsanlage wie im Beispiel 1 und 2 wiedererwärmt wurden. Bei einer Haltezeit von 5 Minuten wurde ein Mindestgehalt von ca. 0,06% Ti zur Erreichung des gewünschten Gefüges bestimmt.

35

Nebeneinanderliegende Bilder zeigen die Gefüge bei gleichem Ti-Gehalt, links vor dem Wiedererwärmen und rechts nach dem Wiedererwärmen. Der Ti-Gehalt betrug nach Bild 6a,b 0,04% und nach den Bild 6c,d 0,09%. Die Wiedererwärmung erfolgte auf 610 °C für 5 Minuten. Es wurde ein mittlerer Durchmesser der abgerundeten Teilchen von 50 µm erzielt.

40

Beispiel 5:

45

Das Verfahren nach Beispiel 4 wurde mit einer Aluminiumknetlegierung AlMg1SiCu mit 0,6 - 1,2 % Mg, 0,7 - 1,5 % Si, 5,0 % Cu, 0,4 - 1,0 % Mn und 0,3 - 0,5 % Fe durchgeführt. Es wurde ein dem Beispiel 4 ähnliches Ergebnis erzielt. Bei einer vorgegebenen Haltezeit von 5 Minuten wurde ein Mindestgehalt zur Erreichung der gewünschten Gefügestruktur von 0,025 % Ti bestimmt.

Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug ca. 70 µm nach dem Wiedererwärmen.

50

Beispiel 6:

Es wurde in üblicher Weise eine Kupferlegierung CuSn12 bei 1020 °C geschmolzen und mit CuP7-Vorlegierung desoxidiert. Die Zugabemenge betrug 1 bis 2 kg/t bezogen auf die Schmelzmenge.

55

Zur Reduzierung des Schwefelgehalts wurden der Schmelze 0,2 kg/t Magnesium zugegeben. Als Kornfeinungsmittel wurde eine Kupfervorlegierung mit 35% Zr verwendet. Die Zugabemenge lag bei einem Zr-Gehalt von 0,01 bis 0,10%. Die Schmelze wurde in einer Stahkokille zu Zylindern vergossen.

Das Gefüge nach dem Gießen mit unterschiedlichem Zr-Gehalt war überwiegend dendritisch, wie das in

Bild 7a,c,e dargestellt ist. Die gegossenen Zylinder wurden dann in einer Induktionsanlage auf eine Temperatur von ca. 900 °C aufgeheizt, bei der Temperatur isotherm gehalten und zu unterschiedlichen Zeitpunkten abgeschreckt. Aufgrund der schnellen Bildung einer dicken Oxidschicht während der Wiedererwärmung unter Atmosphäre war eine kurze Haltezeit notwendig. Während des Aufheizens war zu beobachten, daß bei einem Zr-Gehalt unterhalb 0,03% die Schmelze aus dem Zylinder austrat und sich am Zylinderboden sammelte. Der Zylinder ließ sich mit einem Graphitstab von 10 mm Durchmesser ohne Bildung von Rissen nicht durchstechen. Oberhalb von 0,04 % Zr trat dagegen keine Schmelze aus und der Zylinder ließ sich mit dem Graphitstab durchstechen. Nach metallographischer Untersuchung wurde festgestellt, daß die Primärphase bei einem Zr-Gehalt unterhalb 0,04% überwiegend aus langen Dendriten bestand. Oberhalb von 0,05 % Zr wurden isolierte abgerundete Primärteilchen innerhalb einer Haltezeit von 1 Minuten erhalten, wie dies in Bild 7f dargestellt ist. Das Gefüge war über das gesamte Volumen homogen. Der Mindestgehalt betrug 0,05% Zr bei einer Haltezeit von 1 Minute. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 70 µm.

15 Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen, bei dem die Metallegierungen in schmelzflüssigen Zustand gebracht und nach konventionellen Gießverfahren zu geometrisch einfachen Formen vergossen werden und dann durch Aufheizen auf eine Temperatur zwischen der Solidus- und der Liquidus-Linie ein aus einem Fest-Flüssig-Gemisch aus abgerundeten, in einer Schmelzematrix homogen verteilten Primärteilchen bestehender thixotroper Schlicker gebildet wird, der nach einer Haltezeit einer Formgebungsanlage zugeführt wird, **dadurch gekennzeichnet**,
 daß den Metallegierungen in schmelzflüssigem Zustand eine gegenüber der bekannten Kornfeinung erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel zugesetzt wird, wobei diese erhöhte Menge aus einer für die einzelnen Legierungen und Kornfeinungsmittel bekannten, einen stark abfallenden ersten Ast und einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast aufweisenden Kurve eines Diagramms, in dem die Korngröße in µm über der Zugabe an Kornfeinungsmittel in Gewichtsprozent aufgetragen ist, bestimmt wird derart, daß die Zugabe an Kornfeinungsmittel als ein Wert auf dem zweiten Ast der Kurve ausgewählt wird,
 daß die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt werden und
 daraufhin auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt werden und dabei über eine Haltezeit von weniger als 15 Minuten gehalten werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet**, daß die erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung $\delta D2/\delta C2$ (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als 1/20 des Betrages der mittleren Steigung $\delta D1/\delta C1$ im ersten Ast der Kurve ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet**, daß die erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung $\delta D2/\delta C2$ (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als 1/50 des Betrages der mittleren Steigung $\delta D1/\delta C1$ im ersten Ast der Kurve ist.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß die zuzugebende Menge an Kornfeinungsmittel dadurch präzisiert wird, daß Proben der Metallegierungen im schmelzflüssigen Zustand unterschiedliche Mengen an Kornfeinungsmittel zugesetzt werden, die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt und wieder auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt, über eine wählbare Haltezeit von weniger als 15 Minuten auf dieser Temperatur gehalten, danach abgeschreckt werden und das abgeschreckte Gefüge metallographisch untersucht und der Mindestgehalt an Kornfeinungsmitteln festgestellt wird, ab dem die Primärphase überwiegend aus voneinander isolierten abgerundeten Teilchen mit einem Formfaktor $FF = \geq 0,5$ bei einem mittleren Korndurchmesser $\leq 150 \mu m$ besteht.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung von Formteilen aus Aluminiumlegierungen, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Kornfeinungsmittel die mit Aluminium ein Peritektikum bildenden Elemente jeweils allein oder in Kombination verwendet werden.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel Ti,B,Nb allein oder in Kombination verwendet werden.
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß Ti gemeinsam mit C verwendet wird.
- 5 8. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel Zr allein oder in Verbindung mit B verwendet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Aluminiumlegierung mit 0 bis 9 Gew.% Si, 0 bis 5 Gew.% Cu, 0 bis 5 Gew.% Zn und 0 bis 3 Gew.% Mg als Kornfeinungsmittel Ti und B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 0,6 Gew.% eingesetzt werden.
- 10 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aluminiumlegierung AISi7Mg geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von $\geq 0,25$ % eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.
- 15 11. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aluminiumknetlegierung AlMg1SiCu geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von $\geq 0,025$ % eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.
- 20 12. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aluminiumlegierung AlMg1SiCu geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von $\geq 0,07$ % eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.
- 25 13. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4 zur Herstellung von Formteilen aus Kupferlegierungen, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B und P als Desoxidationsmittel verwendet werden.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich Mg zur Entschwefelung zugegeben wird.
- 30 15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14 zur Herstellung von Formteilen aus Kupferlegierungen, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Kupferlegierung mit 0 bis 30 Gew.% Zn und 0 bis 20 Gew.% Sn als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 1,0 Gew.% und P eingesetzt werden.
- 35 16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß eine Kupferlegierung CuSn12 geschmolzen und desoxidiert, dann auf einen Zr-Gehalt von $\geq 0,05$ % eingestellt und anschließend über eine Minute auf einer Temperatur zwischen Liquidus- und Soliduslinie gehalten wird.
17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Legierung isotherm zwischen Solidus- und Liquiduslinie gehalten wird.
- 40 18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Legierung gestuft zwischen Solidus- und Liquiduslinie geführt wird.
- 45 19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die im schmelzflüssigen Zustand mit Kornfeinungsmittel versehenen Metallegierungen in einer durch ein Kühlmedium gekühlten Metallkokille in einer für die Formgebung benötigten Menge genau dosiert vergossen werden.
20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallegierungen zwischen Solidus- und Liquidus-Linie auf eine Temperatur über der Haltetemperatur erwärmt werden, wobei die gesamte Dauer innerhalb des Solidus-Liquidus-Bereichs 1 bis 15 Minuten beträgt.

50

55

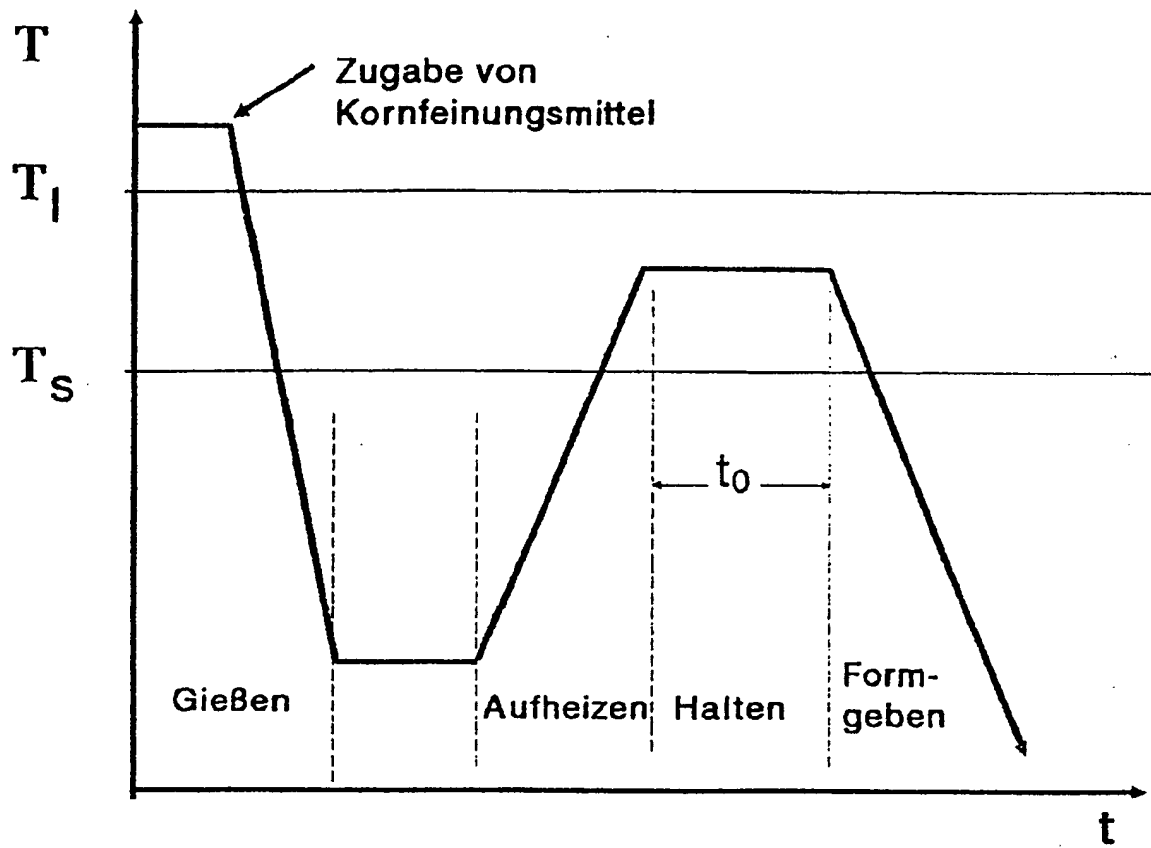
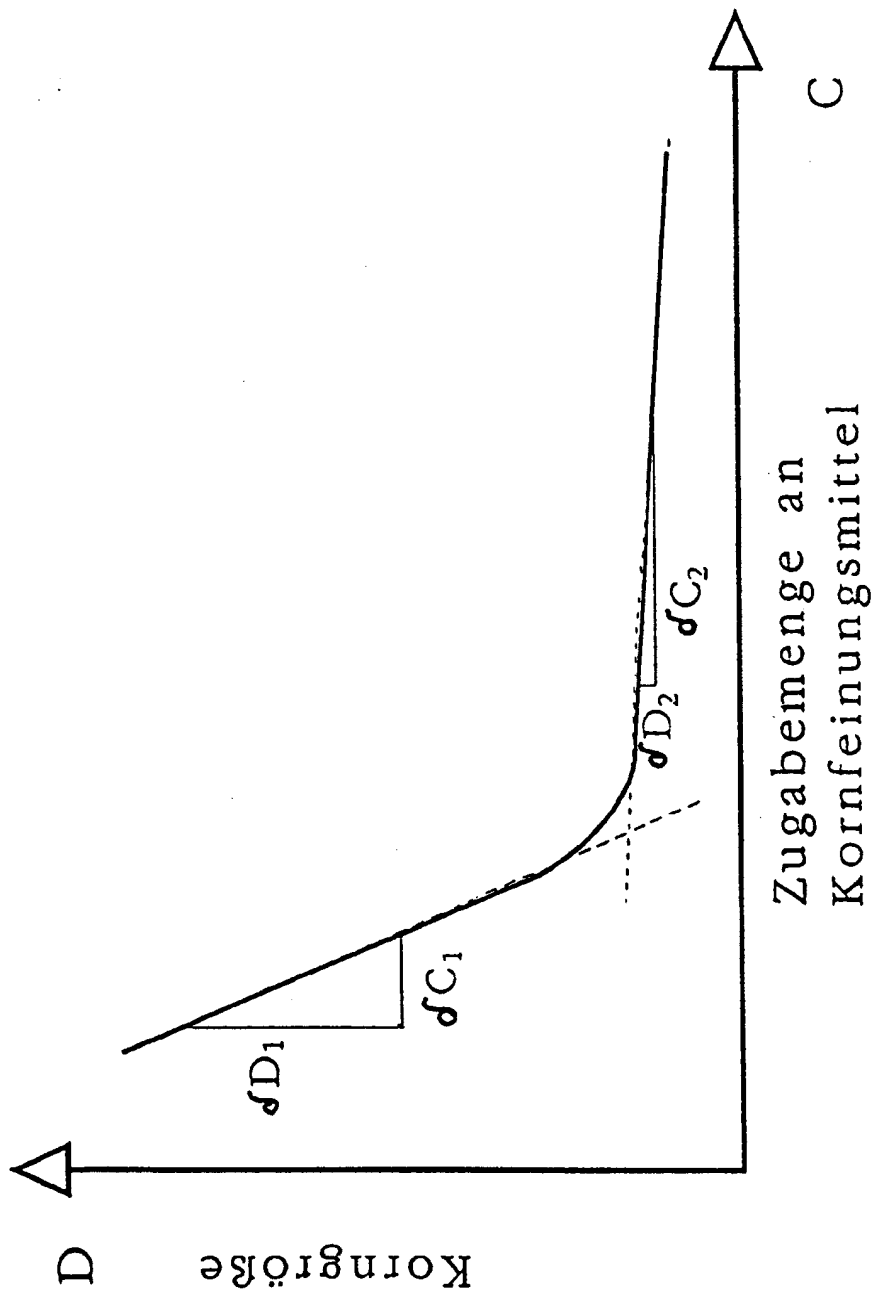


Bild 1



Zugabemenge an
Kornfeinungsmittel

Bild 2

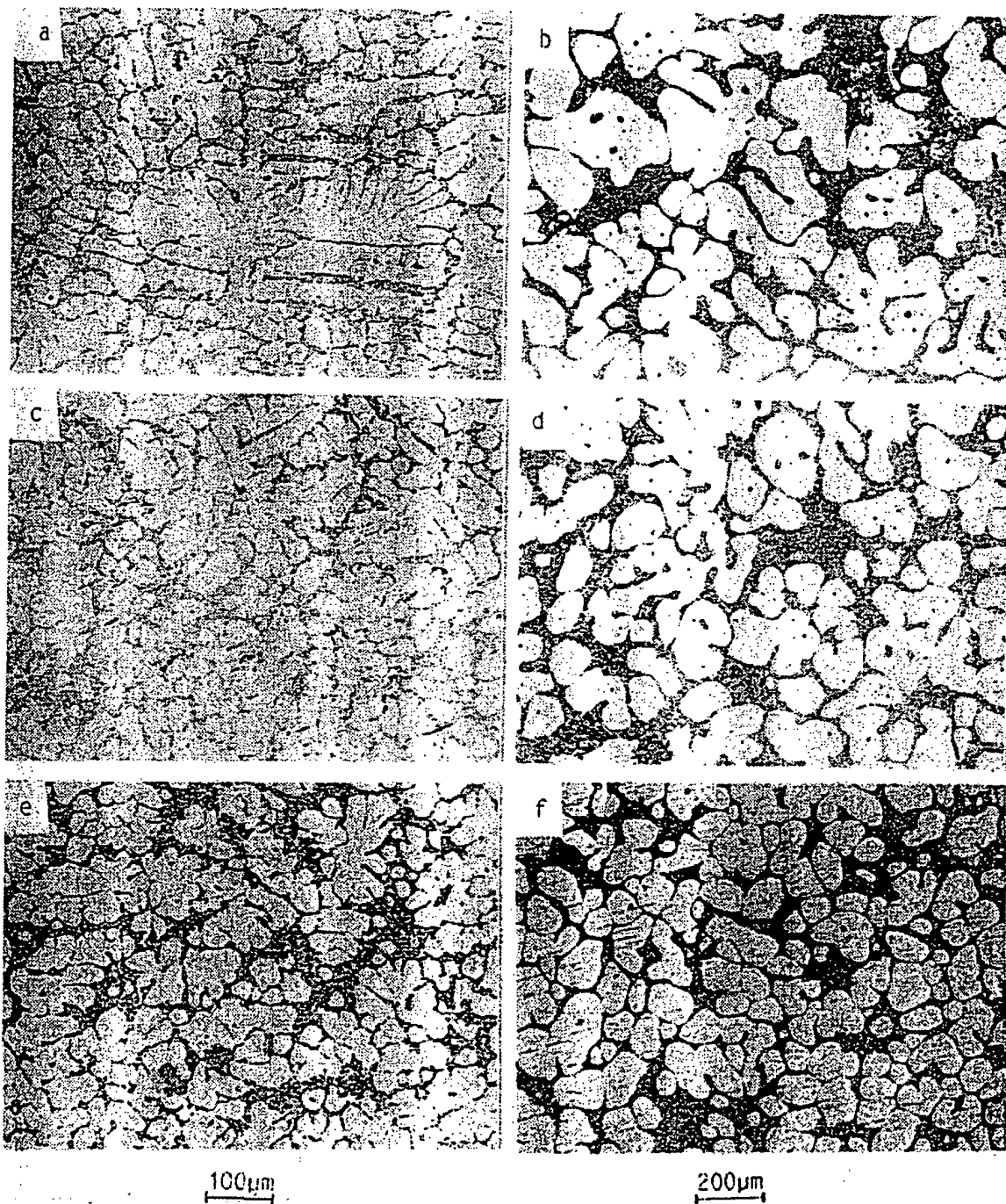


Bild 3

BEST AVAILABLE COPY

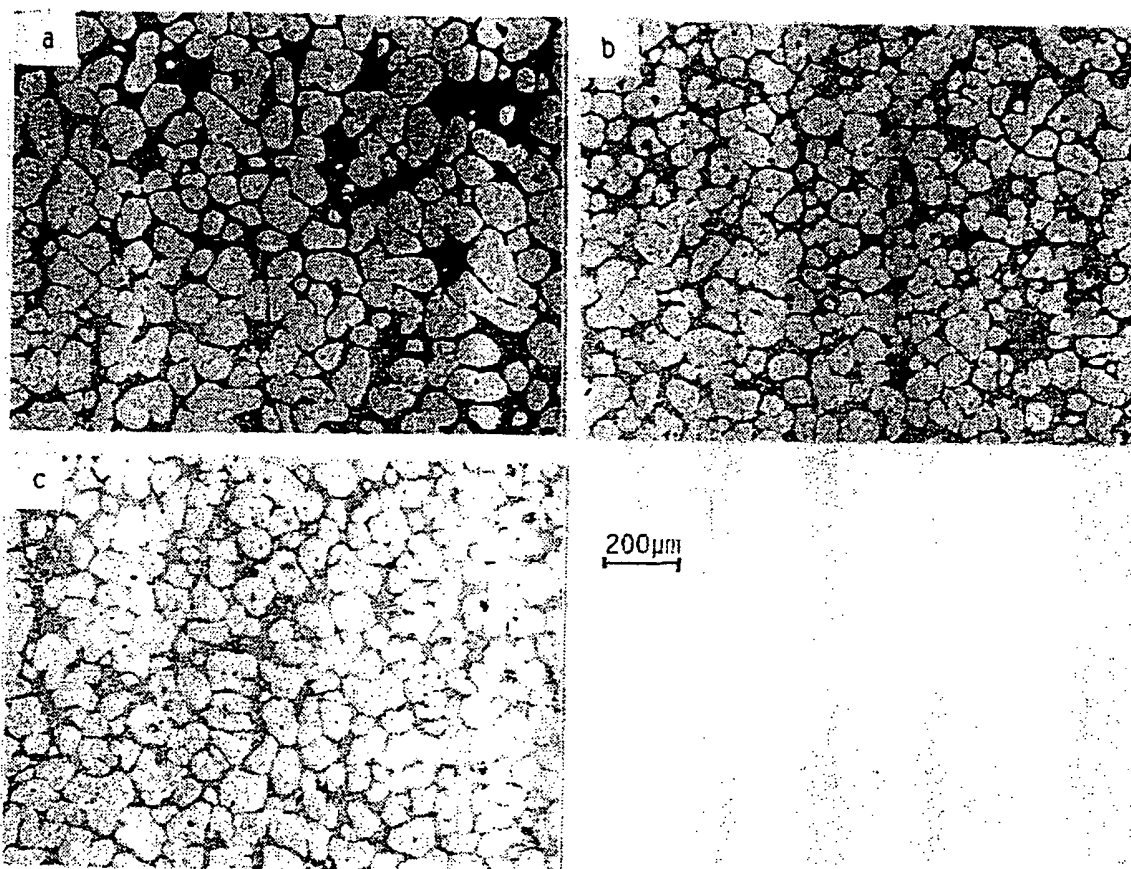
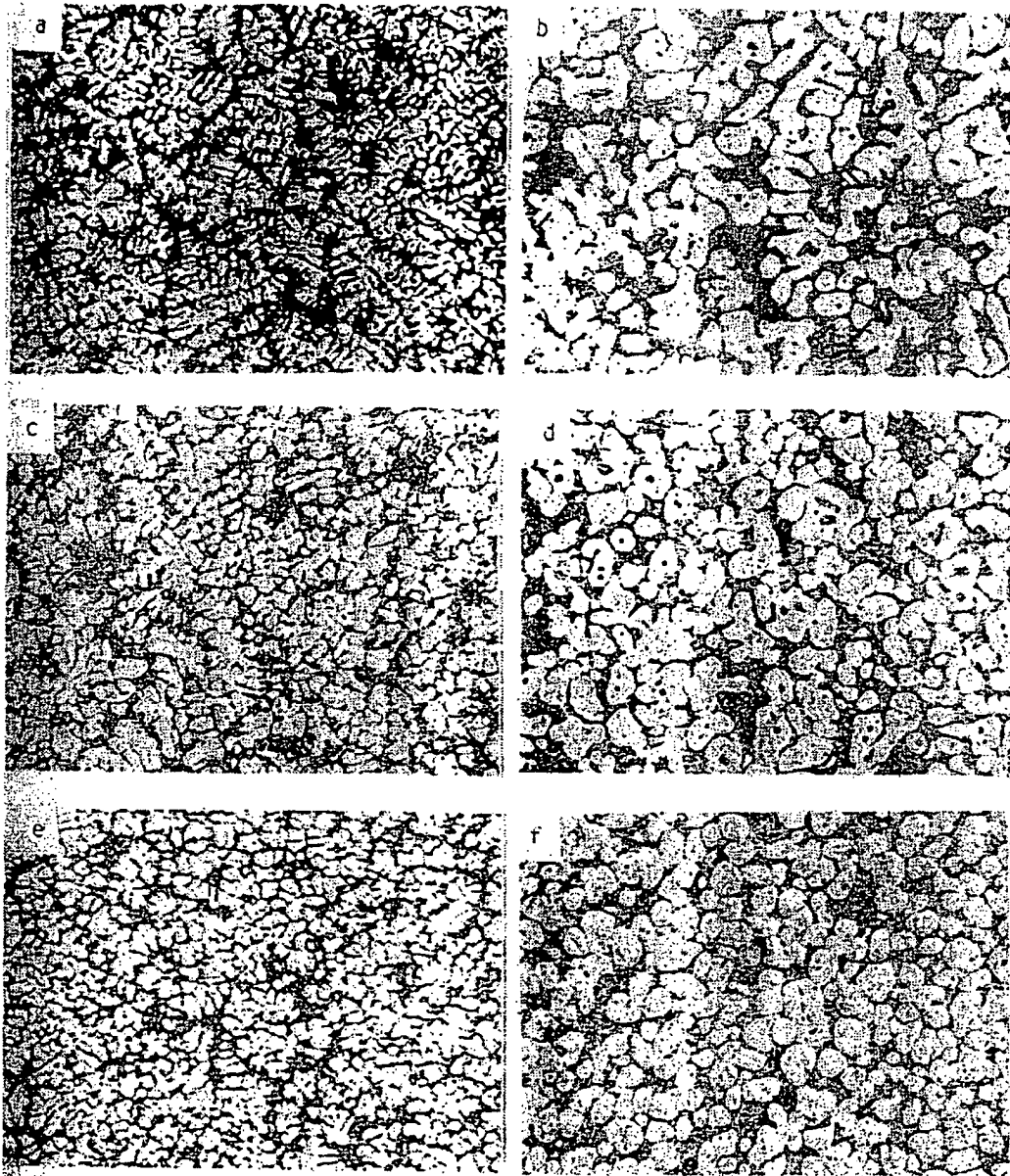


Bild 4

BEST AVAILABLE COPY



200µm

Bild 5

BEST AVAILABLE COPY

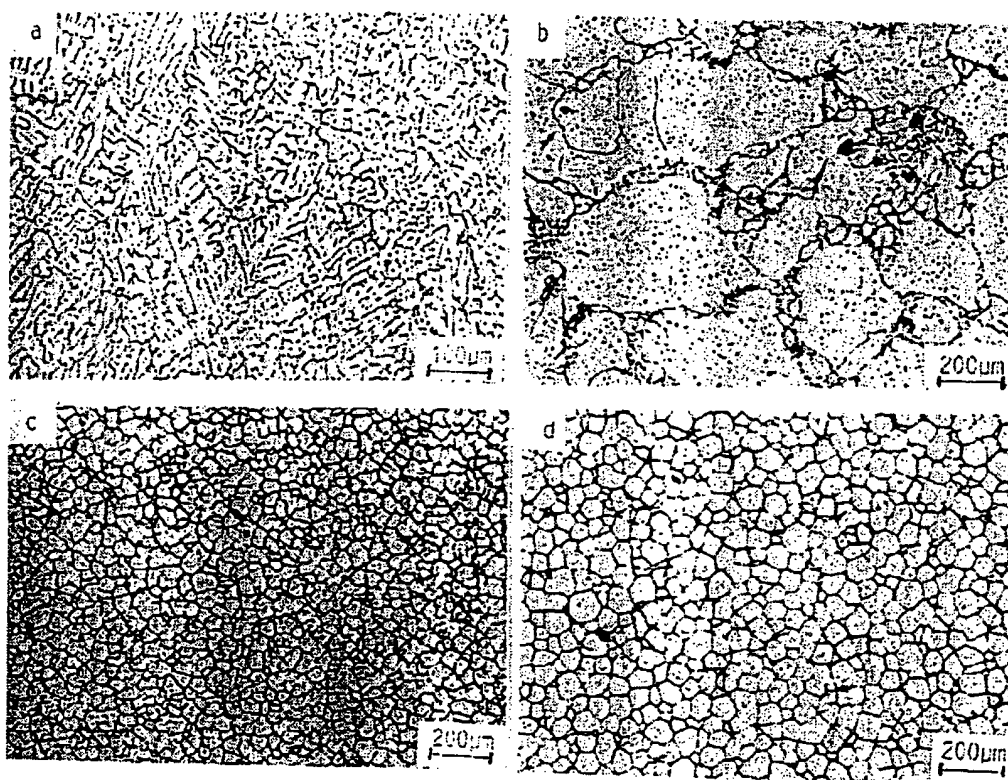


Bild 6

BEST AVAILABLE COPY

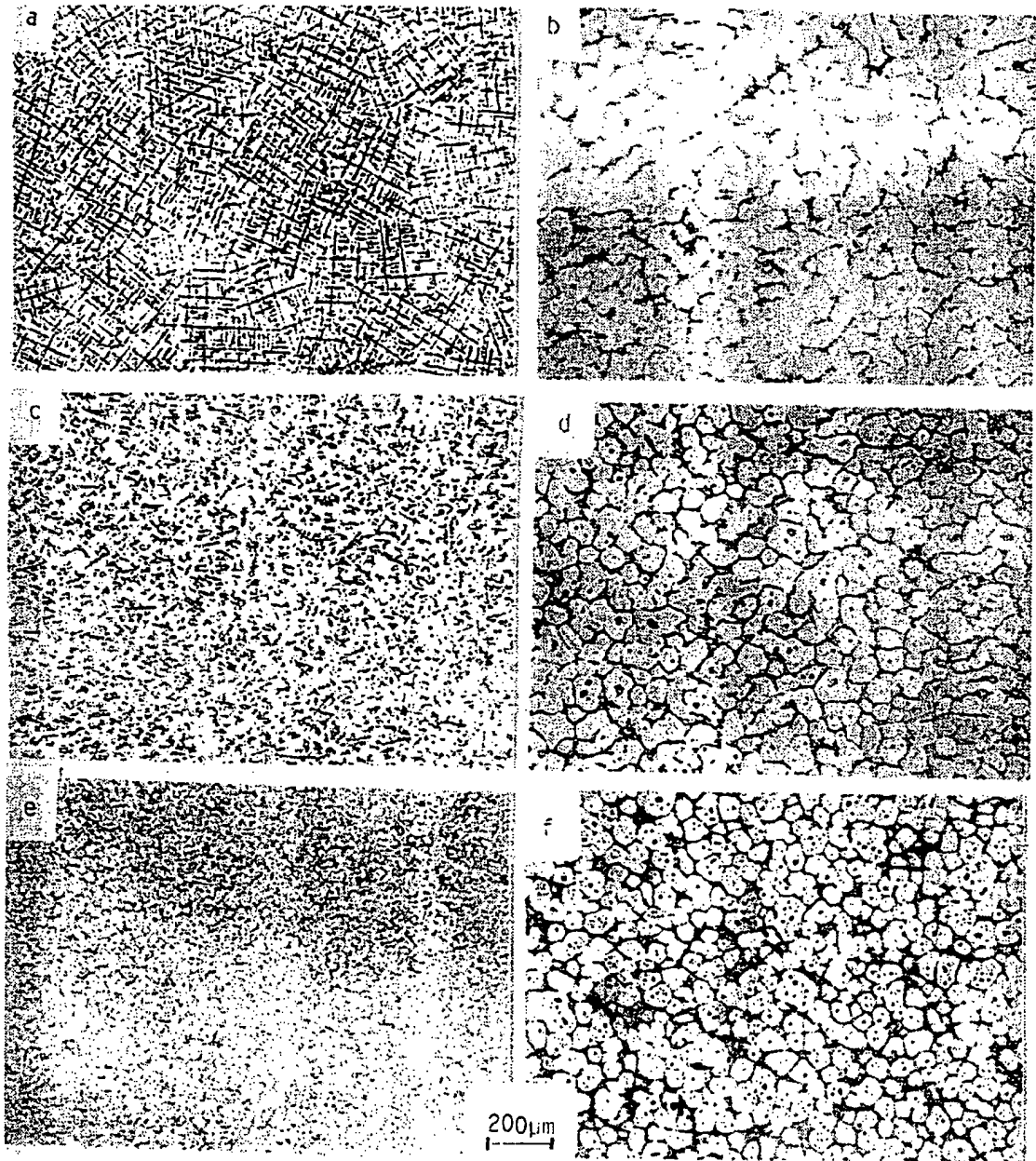


Bild 7

BEST AVAILABLE COPY



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 93 10 1454

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE | | | |
|--|--|--|--|
| Kategorie | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | Betrifft Anspruch | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5) |
| A | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2, no. 34 (C-005) 8. März 1978 & JP-A-52 131 911 (MITSUBISHI CHEM IND LTD) 5. November 1977 * Zusammenfassung * | 1,6,13,15 | B22D1/00 C22C1/00 |
| A | --- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 6, no. 127 (C-113) 13. Juli 1982 & JP-A-57 054 235 (MITSUBISHI KEIKINZOKU KOGYO KK) 31. März 1982 * Zusammenfassung * | 1,6,13,15 | |
| A | --- GB-A-2 156 855 (NATIONAL RESEARCH DEVELOPEMENT CORPORATION) --- | 1,5,6,13,14 | |
| D,A | EP-A-0 090 253 (DEUTSCHE ITT INDUSTRIES GMBH) * Ansprüche * | 1 | |
| | | | RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5) |
| | | | B22D C22C |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt | | | |
| Recherchenort DEN HAAG | | Abschlußdatum der Recherche 02 JUNI 1993 | |
| | | Forscher HODIAMONT S. | |
| KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE | | | |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur | | T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument | |

EPO FORM 150 (01.92) (P.040)